

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication: **0 641 934 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **94107419.7**

(51) Int. Cl.⁶: **F04B 43/04**

(22) Date de dépôt: **13.05.94**

(30) Priorité: **24.05.93 FR 9306281**

(43) Date de publication de la demande:
08.03.95 Bulletin 95/10

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE DK ES FR GB IE IT LI LU NL SE

(71) Demandeur: **UNIVERSITE DE NEUCHÂTEL**
Avenue du 1er Mars 26
CH-2000 Neuchâtel (CH)

(72) Inventeur: **de Rooij, Nicolaas Frans**
Rue des Croix 15
CH-2014 Bôle (CH)
Inventeur: **Jeanneret, Sylvain**

Ruelle Montbrillant 7
CH-2300 La Chaux-de-Fonds (CH)
Inventeur: **Gass, Volker**
Rue de la Maladière 8
CH-2000 Neuchâtel (CH)
Inventeur: **van der Schoot, Bart**
Rue Matile 6
CH-2000 Neuchâtel (CH)

(74) Mandataire: **Caron, Gérard et al**
ICB
Ingénieurs Conseils en Brevets SA
Passage Max. Meuron 6
CH-2001 Neuchâtel (CH)

(54) Procédé de fabrication d'une micropompe.

(57) Ce procédé consiste à usiner par des opérations d'oxydation sélective et de photolithographie une plaquette en silicium (4) pour y former au moins une cavité (7, 12) destinée à contenir ou à véhiculer le fluide, et à oxyder la paroi de la cavité pour la rendre hydrophile. On achève le dispositif en assujettissant contre son corps ainsi formé des plaques de fermeture (1, 5). Préalablement aux opérations d'usinage, on recouvre les surfaces de la plaquette

(4) destinées à être en contact des plaques de fermeture (1, 5) d'une couche-écran résistante à ces opérations d'usinage. Ensuite, après achèvement de celles-ci, les surfaces de la plaquette destinées à être exposées au fluide sont oxydées pour y former une couche d'oxyde favorisant la mouillabilité de ces surfaces. Puis, on élimine la couche-écran et on fixe les plaques de fermeture contre la plaquette.

Application, notamment aux micropompes.

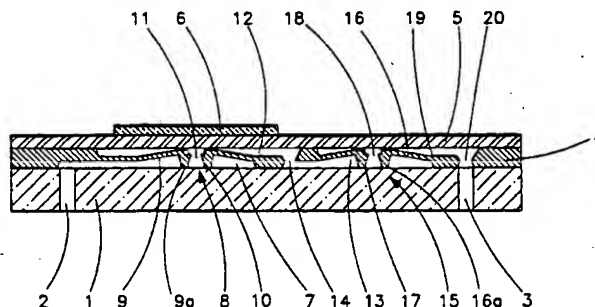


Fig.2

EP 0 641 934 A1

La présente invention est relative à un procédé de fabrication de dispositifs réalisés par micro-usinage de silicium et appelés à contenir ou à véhiculer des fluides gazeux ou liquides. Plus particulièrement, l'invention a trait à la fabrication de micropompes au silicium réalisées par des techniques d'usinage par photolithographie.

Une construction particulière de micropompe au silicium à excitation par un élément piézo-électrique est connue de la demande de brevet PCT-WO 91/07591. Dans ce document, on évoque accessoirement les problèmes qui sont liés au fait que le silicium est un matériau hydrophobe de sorte que les surfaces du silicium, en contact avec le fluide à pomper, ont une mouillabilité médiocre. Ce problème est d'autant plus ardu que, souvent, ce genre de micropompe est utilisé pour véhiculer des substances médicamenteuses présentées sous la forme d'une solution aqueuse. Dans ces conditions, et sans prendre des précautions particulières, le remplissage correct de la chambre de pompage et/ou les chambres des clapets d'entrée et de sortie, n'est pas possible.

La solution à ce problème évoquée dans la demande de brevet internationale précitée, à savoir rendre les surfaces en contact avec le fluide à véhiculer hydrophiles, consiste à oxyder le corps de pompe en silicium après sa fabrication de manière à former une très faible couche superficielle d'oxyde de silicium qui, elle, est hydrophile et peut ainsi améliorer considérablement la mouillabilité des volumes de la pompe en contact avec le fluide à véhiculer. Plus spécifiquement, dans le document précité, on propose de tremper le corps de pompe achevé dans de l'acide nitrique bouillant pendant une durée suffisante pour créer une épaisseur convenable de la couche hydrophile.

Cependant, cette façon de procéder présente l'inconvénient qu'en oxydant de la sorte le corps de pompe, toute la surface exposée du silicium subit le traitement, y compris les surfaces sur lesquelles ultérieurement on vient souder les verres de recouvrement de la pompe. Or, on sait que le soudage d'un verre sur une surface en oxyde de silicium est difficile voire impossible à réaliser.

La présence de la couche d'oxyde recouvrant le silicium exposé au fluide reste cependant souhaitable, car elle présente également un autre avantage en ce qu'elle permet de protéger le silicium contre les attaques du fluide pour autant naturellement qu'il ait un comportement agressif vis-à-vis du silicium. Par exemple, on peut imaginer que le fluide soit constitué par un gaz corrosif dont dans ces conditions les effets nuisibles sur le silicium sont annulés. Par ailleurs, la couche d'oxyde peut constituer un isolant électrique, lorsque le fluide est conducteur de l'électricité.

L'invention a pour but de remédier à l'inconvénient mentionné ci-dessus de la technique antérieure et de proposer un procédé de fabrication de dispositifs micro-usinés du genre indiqué ci-dessus qui permette de garantir une bonne liaison entre le corps en silicium du dispositif et les plaques de fermeture en verre, tout en conservant une couche d'oxyde sur les surfaces exposées au fluide.

L'invention a donc pour objet un procédé de fabrication d'un dispositif micro-usiné destiné à contenir ou à véhiculer des substances liquides, ce procédé consistant à:

- usiner par des opérations d'oxydation sélective et de photolithographie une plaquette en silicium pour y former au moins une cavité destinée à contenir ou à véhiculer ledit fluide, et à oxyder la paroi de ladite cavité pour la rendre hydrophile, et
- achever ledit dispositif en assujettissant contre le corps de dispositif ainsi formé des plaques de fermeture,
- ce procédé étant caractérisé en ce qu'il consiste:
 - préalablement auxdites opérations d'usinage, à recouvrir les surfaces de ladite plaquette destinées à être en contact desdites plaques de fermeture d'une couche-écran résistant auxdites opérations d'usinage;
 - après achèvement desdites opérations d'usinage à oxyder les surfaces de ladite plaquette destinées à être exposées audit fluide pour y former une couche d'oxyde favorisant la mouillabilité de ces surfaces;
 - à éliminer ladite couche d'écran; et
 - à assujettir lesdites plaques de fermeture contre ladite plaquette.

Selon une autre caractéristique de l'invention, ladite couche écran est réalisée en nitrure de silicium et déposée sur ladite plaquette avec interposition d'une couche d'oxyde intermédiaire.

Selon encore une autre caractéristique de l'invention, ladite couche intermédiaire d'oxyde présente une épaisseur inférieure à celle de ladite couche d'oxyde favorisant la mouillabilité, le procédé consistant en outre, après l'élimination de ladite couche-écran, à éliminer ladite couche d'oxyde intermédiaire, pendant que ladite couche d'oxyde favorisant la mouillabilité est à découvert.

L'invention a également pour objet un dispositif micro-usiné obtenu par le procédé tel que défini ci-dessus.

Il résulte de ces caractéristiques que le montage des plaques de fermeture, opération qui complète le dispositif micro-usiné, reste facile à exécuter avec une grande fiabilité du résultat, tandis que les surfaces du silicium du dispositif micro-usiné destinées à être en contact avec le fluide à véhiculer ou à abriter, sont hydrophiles et/ou résis-

tantes à l'agression éventuelle de ce fluide.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront au cours de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple et faite en se référant aux dessins annexés sur lesquels:

- les figures 1a et 1b sont des vues schématiques en plan, respectivement de dessus et de dessous, d'un exemple de dispositif micro-usiné réalisé à l'aide du procédé selon l'invention, cet exemple concernant une micropompe à entraînement piézo-électrique à laquelle, toutefois l'invention n'est nullement limitée;
- la figure 2 est une vue en coupe transversale de la micropompe représentée aux figures 1a et 1b, vue qui est prise selon la ligne II-II de ces figures;
- la figure 3 montre, par une coupe partielle schématique selon la ligne III-III des figures 1a et 1b, les opérations successives nécessaires pour exécuter le procédé suivant l'invention.

On va tout d'abord se référer aux figures 1a, 1b et 2 pour décrire, à titre d'exemple de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention, une micropompe à entraînement piézo-électrique, objet qui se prête particulièrement bien à être réalisé à l'aide de ce procédé. On notera que les termes "dessus" et "dessous" ne sont utilisés qu'à des fins descriptives, la pompe pouvant être utilisée dans une attitude quelconque dans l'espace.

La micropompe comporte une plaque de base 1 ou première plaque de fermeture, réalisée de préférence en verre et percée dans son épaisseur de deux canaux 2 et 3 qui sont respectivement le canal d'entrée et le canal de sortie de la micropompe.

Sur cette plaque de base 1 est fixée une plaque 4 formant corps de pompe et réalisée en silicium, cette plaque étant micro-usinée pour y former, par le procédé de l'invention, les divers cavités et organes actifs de la pompe, comme on le décrira ci-après.

Sur la plaque 4 formant corps de pompe est fixée à son tour une troisième plaque 5 relativement mince et réalisée en verre, de préférence. Cette plaque constitue la deuxième plaque de fermeture de la pompe. Elle est surmontée d'un transducteur piézo-électrique 6 s'étendant sur une partie de sa surface extérieure, ce transducteur étant destiné, de par son régime vibratoire engendré lorsqu'il est excité par une tension électrique, à déformer la deuxième plaque de fermeture 5 et par suite de faire varier le volume de la chambre de pompage de la pompe au cours de son fonctionnement.

Pour fixer les idées et à titre d'exemple uniquement, on peut noter qu'une micropompe ainsi construite a une dimension dans son plan générale de 22 x 22 mm, les épaisseurs des plaques 1, 4 et 5 étant respectivement de 1,5mm, 280 microns et 0,3 mm.

La plaque intermédiaire 4 formant corps de pompe présente une chambre d'entrée 7 (figure 2) communiquant avec le canal d'entrée 2 percée dans la plaque de base 1. Cette chambre d'entrée 7 entoure un clapet d'entrée 8 dont l'obturateur 9 est formé par un voile mince et déformable usiné dans le silicium de la plaque 4. L'obturateur 9 coopère avec un siège de clapet 10 qui n'est pas matérialisé spécialement, mais est formé par la partie correspondante de la surface de la plaque de base 1 sur laquelle vient s'appuyer l'obturateur 9. On notera que cette obturateur 9 comporte une garniture 9a en forme de bague qui y est apportée au cours du procédé de l'invention, et qui est destinée à cambrer légèrement le voile mince et garantir ainsi une bonne application de l'obturateur 9 sur son siège 10.

L'obturateur 9 est muni d'un trou de communication central 11 qui débouche, du côté du voile opposé à la chambre d'entrée 7, dans une chambre de pompage 12 au dessus de laquelle est placé le transducteur piézo-électrique 6. C'est donc le volume de cette chambre de pompage 12 qui est amené à se modifier périodiquement pour obtenir l'action de pompage de la micropompe.

La chambre de pompage 12 est en communication avec une chambre de transfert 13 par l'intermédiaire d'un orifice de communication 14; cette chambre de transfert entourant un second clapet de la pompe qui est le clapet de sortie 15 de celui-ci. Ce clapet est construit sensiblement de la même façon que le clapet d'entrée et comporte donc un obturateur 16, une garniture d'obturateur 16a, un siège 17 et un orifice central de communication 18. Ce dernier relie, le cas échéant c'est à dire lorsque le clapet de sortie 15 est ouvert, la chambre de transfert 13 à une chambre de sortie 19 située au-dessus du clapet de sortie 15. Cette chambre de sortie 19 communique à son tour avec le canal de sortie 3 de la pompe par l'intermédiaire d'un orifice de communication 20.

La construction de la micropompe que l'on vient de décrire est connue en soi et l'on s'abstient donc d'en décrire en détail le fonctionnement d'autant qu'il peut être reconstitué aisément de la description qui vient d'être donnée de cette construction.

On va donc décrire maintenant le procédé de fabrication du corps de pompe 4 en insistant sur les caractéristiques essentielles de la présente invention qui comme déjà indiqué au début du présent mémoire, visent à améliorer les propriétés

hydrophiles et de résistance à l'agressivité des fluides à pomper, des surfaces du corps de pompe 4 en contact avec ce fluide au cours du fonctionnement de la pompe.

Les figures 3a à 3j représentent schématiquement une vue partielle en coupe d'un corps de pompe 4 prise selon la ligne III-III des figures 1a et 1b, au cours des diverses étapes du procédé selon l'invention. Il est à noter que dans la description du procédé qui va suivre, les valeurs de tous les paramètres tels qu'épaisseurs de couches, températures, temps de séjour dans les fours etc; ne sont données qu'à titre d'exemple et ne sont pas à considérer comme limitatives de la présente invention.

Une plaquette de silicium 21, dans laquelle selon la technologie habituelle, plusieurs corps de pompe peuvent être formés simultanément, est soumise tout d'abord à une oxydation humide (étape de la figure 3a) ce qui forme sur ses deux faces une couche d'oxyde 22. L'épaisseur de la couche peut être de 1 micron et l'étape peut être exécutée dans un four dans lequel règne une atmosphère de vapeur d'eau qui est portée à une température de 1100 °C. La vapeur d'eau peut être engendrée dans un barboteur dans lequel on introduit de l'oxygène à un débit de 0,5 l/min et de l'azote à un débit de 4 l/min.

La plaquette ainsi pourvue des couches d'oxyde 22 est soumise à une opération de photolithographie classique par laquelle on procède à une attaque de l'oxyde à l'acide fluorhydrique tamponné au fluorure d'ammonium dans une proportion de 1:7 et à température ambiante, à travers un masque de photoresist, pour ne conserver que des zones annulaires 23 destinées à former ultérieurement les garnitures 9a et 16a des clapets. (Il est à noter que les figures 3a à 3j ne montrent que la zone ne correspondant qu'à un seul clapet de sortie 15).

La plaquette résultant de l'opération de l'étape de la figure 3b est alors revêtue dans sa totalité d'une couche d'oxyde 24 d'une épaisseur prédéterminée (dans l'exemple de 1000 Ångströms) par oxydation sèche dans un four tubulaire à 1100 °C dans lequel circule un courant d'oxygène avec un débit de 2 l/min. Puis, les couches d'oxyde ainsi obtenues qui ont un rôle de couche de liaison, sont revêtues à leur tour d'une couche 25 de nitrure de silicium (Si_3N_4) par dépôt chimique à la vapeur (LPCVD) à 800 °C et jusqu'à une épaisseur de 1500 Ångströms. Selon une variante, on peut remplacer le nitrure de silicium par de l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) d'une même épaisseur.

L'étape suivante du procédé, illustrée sur la figure 3d, consiste à ôter sélectivement les couches 24 et 25 pour délimiter des étendues 26 et 27 sur la plaquette dans lesquelles on formera ulté-

rieurement les diverses cavités de la pompe. Pour ce qui concerne les figures 3a à 3j, il s'agit respectivement de la chambre de sortie 19 et de la chambre de transfert 13. Les zones annulaires correspondant aux garnitures 9a et 16a, respectivement sont préservées. Cette étape comprend donc une opération de photolithographie classique à l'aide d'un photoresist pendant laquelle on élimine sélectivement d'abord le nitrure de silicium par attaque au plasma, puis l'oxyde par attaque à l'acide fluorhydrique tamponné.

La plaquette 21 est ensuite de nouveau soumise à une opération d'oxydation sur les deux faces, en dehors des zones déjà couvertes par le nitrure de silicium pour former les couches 28 (voir la figure 3e). Cette oxydation se fait de la même façon que celle qui a conduit à la formation des couches 22 (voir la figure 3a), l'épaisseur des couches 28 étant de 3000 Ångströms, par exemple.

Puis, une ouverture 29 de forme circulaire est pratiquée dans la couche d'oxyde 28 aux endroits où doivent se trouver les passages centraux des clapet 8 et 15. Cette ouverture est réalisée en soumettant la plaquette à des opérations de photolithographie à l'aide de photoresist, l'attaque elle-même étant réalisée à l'acide fluorhydrique tamponné. Il en résulte la configuration représentée sur la figure 3f.

On forme ensuite une cavité 30 dans le silicium en soumettant la plaquette à une solution de KOH à une température entre 40 et 60 °C pour l'attaquer de façon anisotrope jusqu'à ce que la profondeur de la cavité soit approximativement égale à 50 microns, après quoi on élimine l'oxyde résiduel non encore ôté par l'attaque au KOH, en soumettant de nouveau la plaquette à une solution d'acide fluorhydrique tamponné au fluorure d'ammonium dans une proportion de 1:7 et à température ambiante, jusqu'à ce que tout l'oxyde ait disparu sur les deux faces de la plaquette. Cette opération conduit à la configuration représentée sur la figure 3g.

La plaquette est alors de nouveau soumise à une attaque anisotrope au KOH par trempage dans une solution de ce composé pendant un temps suffisant pour que ce qui est devenu le voile de chaque clapet n'ait plus qu'une épaisseur de 50 microns. Cette opération conduit également au perçage de la plaquette au centre du clapet et à la formation des diverses cavités prévues pour la pompe, comme représenté sur la figure 3h.

Puis, la plaquette est soumise à une oxydation humide dans les mêmes conditions que celles qui ont conduit à la formation de la couche 22 jusqu'à ce qu'une couche d'oxyde 31 d'une épaisseur d'environ 3000 Ångströms soit obtenue, cette couche recouvrant d'oxyde toutes les étendues de la pompe destinées à venir en contact avec le fluide.

Les zones qui sont restées recouvertes de nitrure de silicium pendant toutes les étapes du procédé que l'on vient de décrire ne sont pas affectées par cette opération d'oxydation, comme représenté sur la figure 3i.

L'étape suivante du procédé consiste à éliminer le nitrure de silicium de la couche 25 encore présent sur la plaquette en soumettant celle-ci à une solution de 85% d'acide phosphorique à une température d'environ 180°C puis à une solution d'acide fluorhydrique tamponné pour enlever l'oxyde de la couche 24, sous-jacente auparavant au nitrure de silicium. Cette dernière opération conduit également à l'enlèvement partiel de la couche d'oxyde 31. Cependant, comme la couche d'oxyde 25 avait une épaisseur de 1000 Ångströms environ, l'opération d'enlèvement d'oxyde exécutée en dernier lieu laisse subsister une épaisseur suffisante sur les surfaces exposées au fluide (environ 2000 Ångströms) pour que ces surfaces aient une mouillabilité suffisante et soient suffisamment protégées contre d'éventuelles agressions de ce fluide. Cette dernière opération conduit à la configuration représentée sur la figure 3j, où on voit qu'une couche d'oxyde 32 est restée présente.

On remarquera que cette configuration correspond au corps de pompe achevé auquel il suffit ensuite d'assujettir les plaques de fermeture 1 et 5 par soudure anodique, ainsi que de mettre en place le transducteur piézo-électrique pour finaliser la construction de la micropompe.

Ainsi, comme on peut le constater, la couche hydrophile et de protection 32 est apportée durant le procédé de confection du corps de pompe sans nécessiter des opérations de trempage ultérieur susceptibles d'oxyder non seulement les surfaces qui doivent réellement l'être, mais encore les surfaces 33 contre lesquelles doivent être fixées les plaques de fermeture de la pompe, comme cela était le cas dans la technique antérieure.

Enfin, le procédé de l'invention permet d'obtenir facilement une couche d'oxyde plus épaisse que cela n'était le cas dans la technique antérieure, si bien qu'elle peut assurer une meilleure isolation électrique.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un dispositif micro-usiné destiné à contenir ou à véhiculer des substances fluides en particulier liquides, ce procédé consistant à :
 - usiner par des opérations d'oxydation sélective et de photolithographie une plaquette en silicium (4) pour y former au moins une cavité (7, 12) destinée à contenir ou à véhiculer ledit fluide, et à oxyder la paroi de ladite cavité pour la

- rendre hydrophile, et
 - achever ledit dispositif en assujettissant contre le corps de dispositif ainsi formé des plaques de fermeture (1, 5),
- caractérisé en ce qu'il consiste
- préalablement auxdites opérations d'usinage, à recouvrir les surfaces de ladite plaquette (1) destinées à être en contact desdites plaques de fermeture d'une couche-écran (25) résistant auxdites opérations d'usinage;
 - après achèvement desdites opérations d'usinage à oxyder les surfaces de ladite plaquette destinées à être exposées audit fluide pour y former une couche d'oxyde favorisant la mouillabilité de ces surfaces;
 - à éliminer ladite couche-écran (25); et
 - à assujettir lesdites plaques de fermeture (1, 5) contre ladite plaquette (4).

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ladite couche-écran (25) est réalisée en nitrure de silicium et déposée sur ladite plaquette (4) avec interposition d'une couche d'oxyde intermédiaire (24).
3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que ladite couche intermédiaire d'oxyde (24) présente une épaisseur inférieure à celle de ladite couche d'oxyde (31) favorisant la mouillabilité, le procédé consistant en outre, après l'élimination de ladite couche-écran, à éliminer ladite couche d'oxyde intermédiaire, pendant que ladite couche d'oxyde favorisant la mouillabilité est à découvert.
4. Dispositif réalisé par micro-usinage de silicium destiné à contenir ou à véhiculer un fluide, caractérisé en ce qu'il est obtenu selon le procédé tel que défini dans l'une quelconque des revendications 1 à 3.

Fig.1a

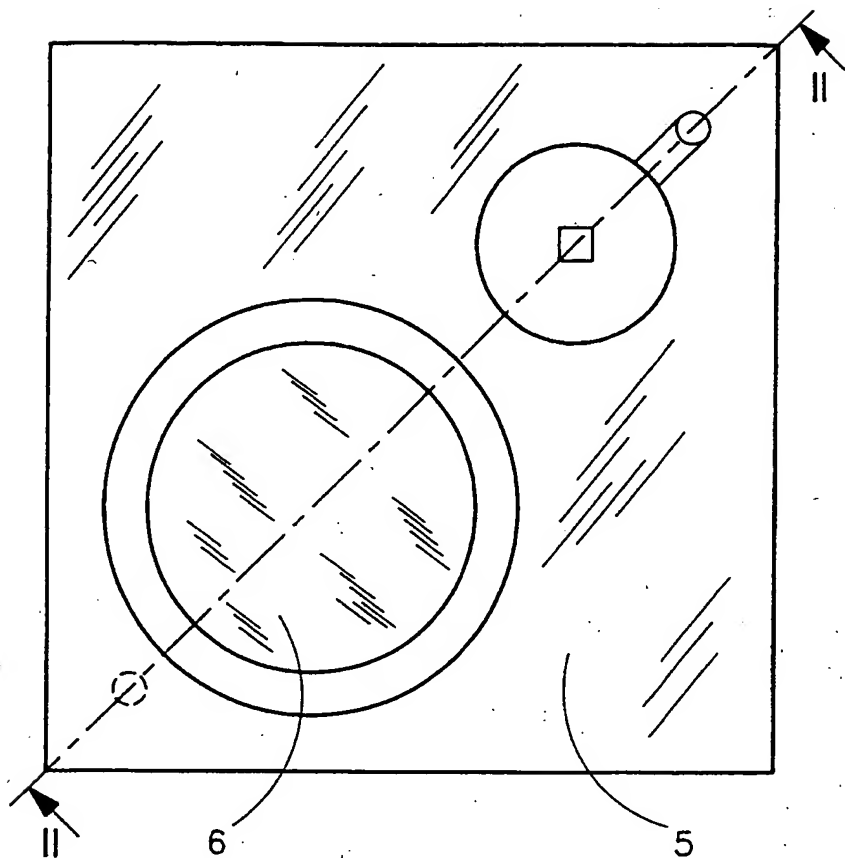
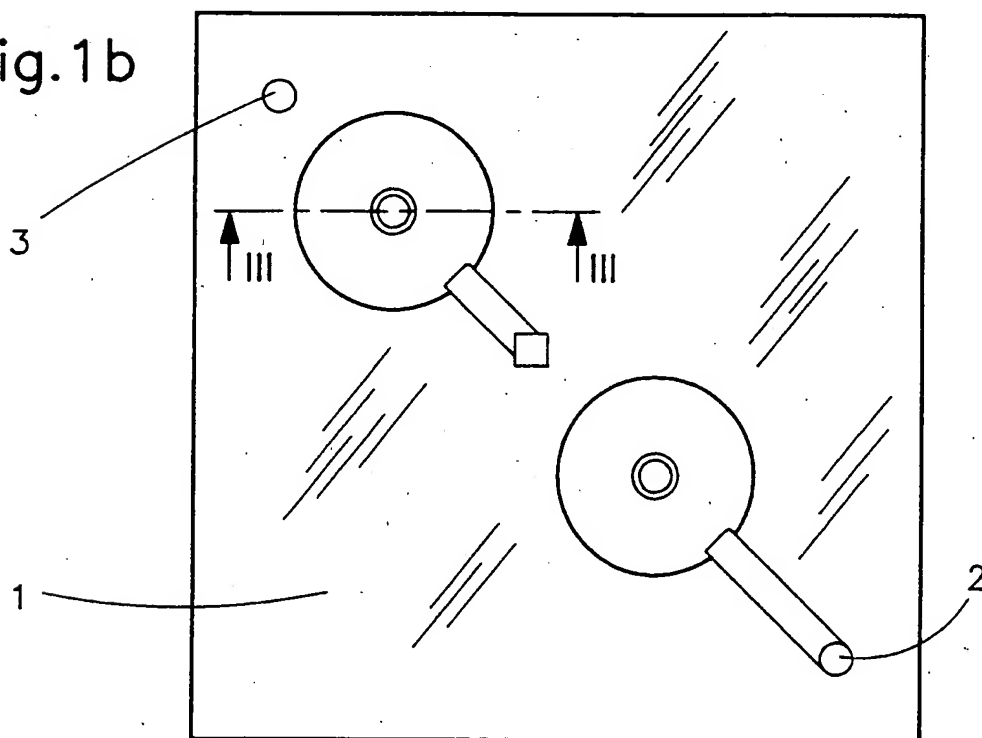


Fig.1b



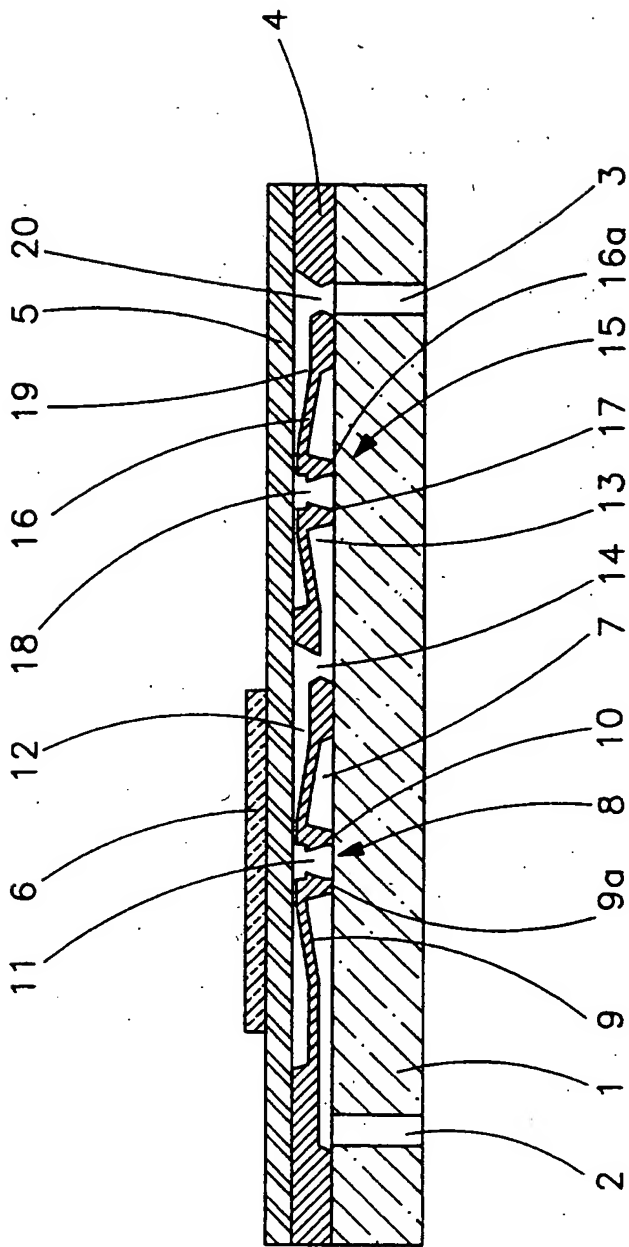


Fig.2

Fig.3a

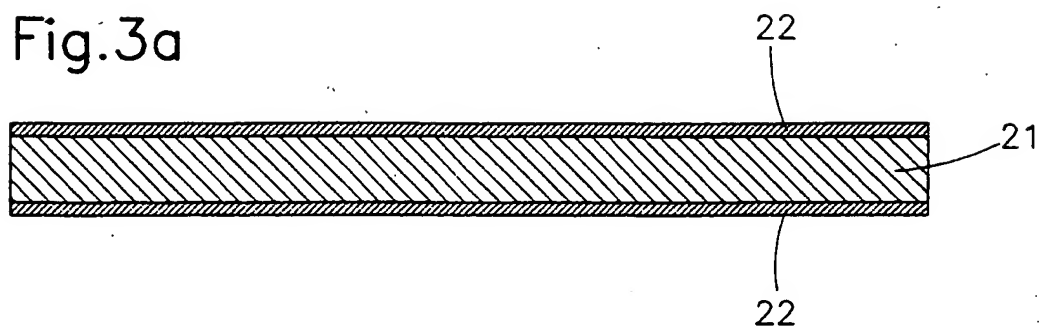


Fig.3b

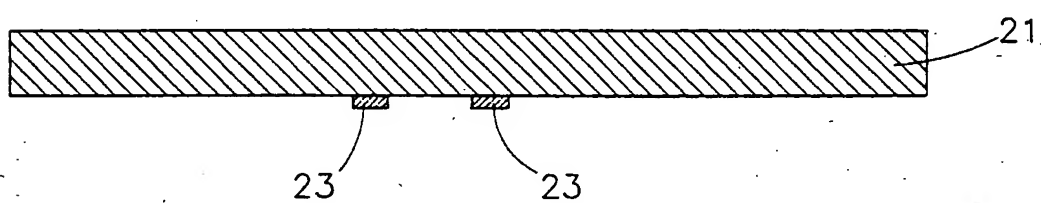


Fig.3c

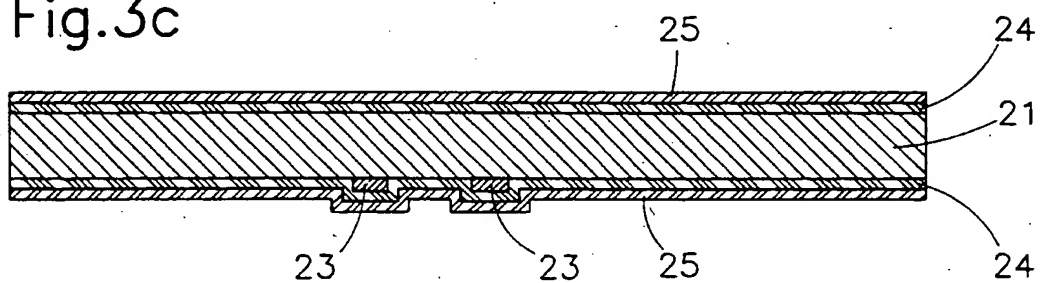


Fig.3d

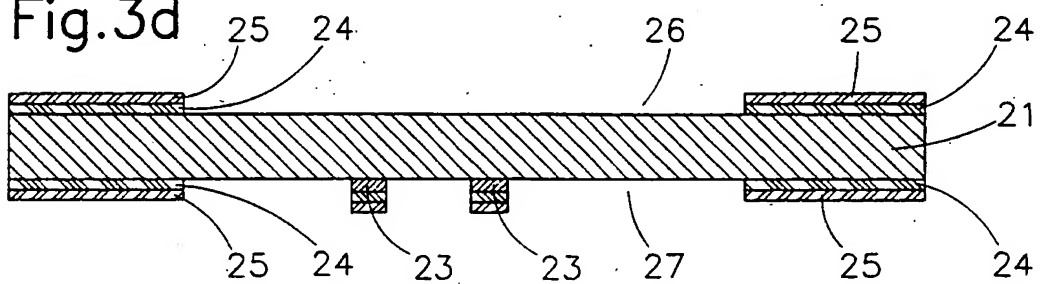


Fig.3e

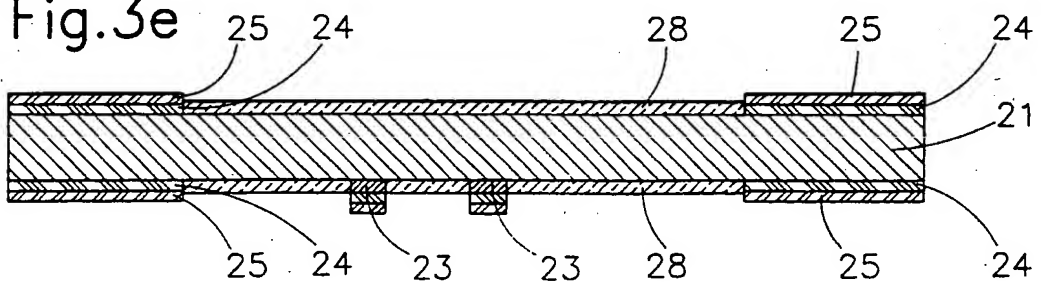


Fig.3f

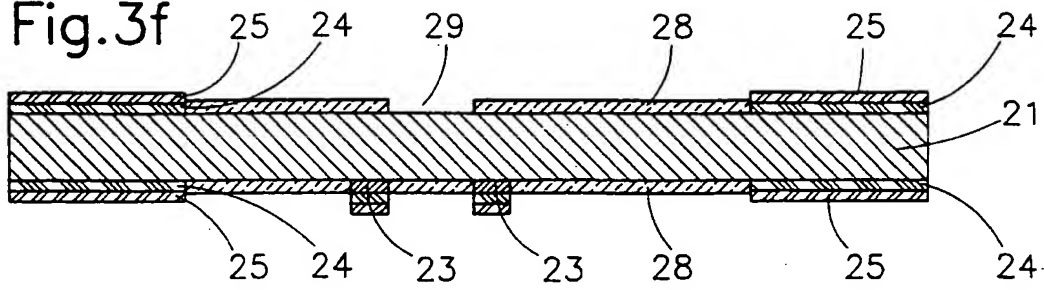


Fig.3g

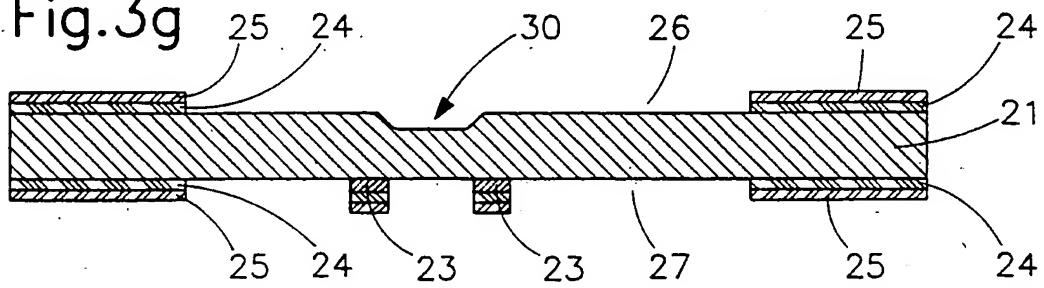


Fig.3h

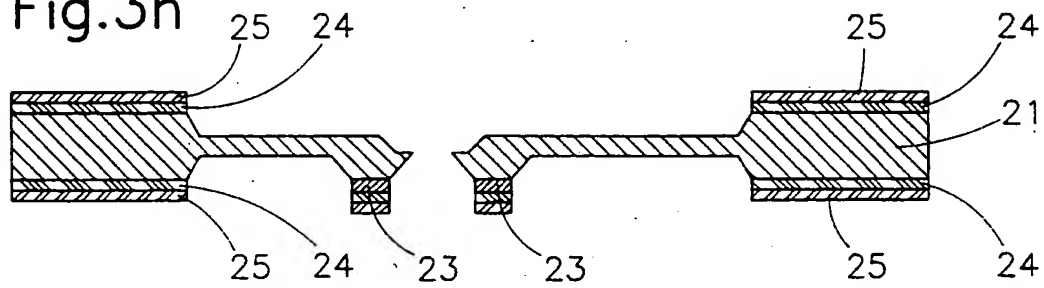


Fig.3i

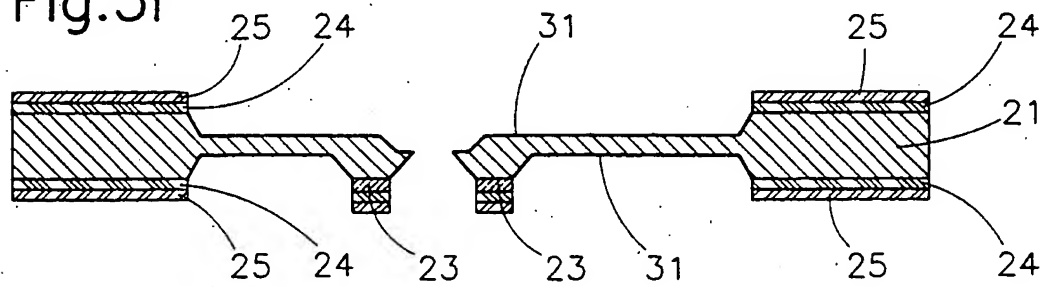
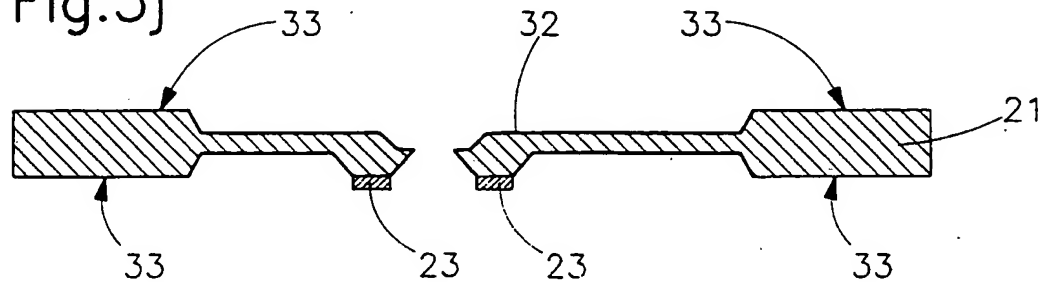


Fig.3j





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 94 10 7419

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.5)
A	SENSORS AND ACTUATORS, vol.20, no.1/2, 1 Novembre 1989, LAUSANNE CH pages 163 - 169, XP135240 ESASHI,SHOJI & NAKANO 'Normally closed microvalve an dmicropump fabricated on a silicon wafer' * Fabrication * * page 164; figure 3 * ----	1	F04B43/04
A	SENSORS AND ACTUATORS A, vol.32, no.1/3, 1 Avril 1992, LAUSANNE CH pages 335 - 339 SHOJI AND ESASHI 'A study of a high-pressure micropump for integrated chemical analysing systems' * par. 3.2. Fabrication * * page 336 - page 337; figure 3 * ----	1	
A	EP-A-0 465 229 (SEIKO EPSON CORP.) * page 8, ligne 38 - page 10, ligne 35; figures 5-7 * ----	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.5)
A	WO-A-90 15929 (WESTONBRIDGE INT. LTD.) * page 6, ligne 23 - page 7, ligne 5 * ----	1	F04B
D,A	WO-A-91 07591 (VAN LINTEL) -----		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lien de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 5 Juillet 1994	Examinateur Von Arx, H
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ----- A : membre de la même famille, document correspondant	